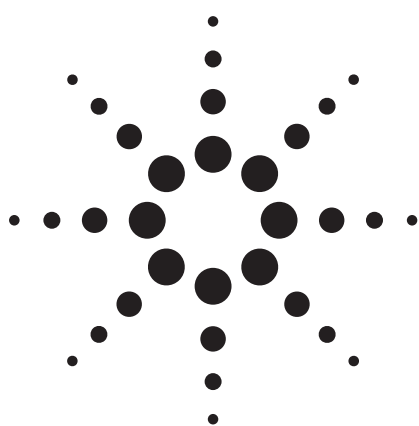


Agilent 355化学発光硫黄検出器 (SCD): ベンゼン中のチオフエンの分析



技術概要

はじめに

この概要では、ベンゼンの硫黄汚染分析を扱います。ベンゼン中の微量チオフエンの分析における Agilent 355 化学発光硫黄検出器 (SCD) の感度、選択性、および直線性から、355 SCD が低濃度硫黄分析に適していることが分かりました。

ベンゼンは芳香族化合物の基本単位です。ベンゼンの主要供給源は、炭化水素の原油蒸留物からの抽出、接触改質、石炭の炭素処理、トルエン原料油の水素脱アルキル化によります。[1] 水素脱アルキル化反応では、約 95% の選択性で原料中の芳香族化合物の約 90% が転換されます。原油やコールタールから蒸留された軽質炭化水素留分中に生じるチオフエンは、0.4 ~ 1.4 wt.% のレベルで存在します。[2] 従来、チオフエンは、 H_2SO_4 で洗浄して抽出され、甘味のより多い製品を作るために使われてきました。しかし、このプロセスでは、多くの化学品市場で求められるレベルの純度に到達するのがいまだに困難です。したがって、ベンゼン中の微量チオフエンのモニタリングが重要になります。ベンゼンの 3 つの主要用途は、エチルベンゼン、クメン、シクロヘキサンの生産です。これら 3 つの製品は、化学原料として消費されるベンゼンの 80% を占めます。[2]

これらは、染料、レジン、溶剤、ナイロンを含む高分子など、広範囲の最終製品の間体として分類できます。合成用途の要求純度はより厳しくなっており、硫黄除去効率をモニタリングし、出発物質の純度を確認する必要がありますが高まっています。

図 1 のデータは、干渉のない炭化水素マトリクス中での硫黄の微量分析における 355 SCD の感度を示したものです。図 2 は、微量レベルでの SCD の直線的レスポンスを示しています。5 桁の相関係数は $R^2 = 0.999$ より良好な値を示しました。炭化水素に対する硫黄の 355 SCD による選択性を、図 1 および 3 に示します。ここでは、硫黄クロマトグラムが溶出するベンゼンによる炭化水素の干渉を示していません。

図 1 および 2 のデータは、Agilent 355 SCD を組み合わせた Agilent 6890 ガスクロマトグラフから得られたものです。図 3 のクロマトグラムは、SCD への水素炎イオン化検出器 (FID) アタッチメントを用いて、カラム分割なしに同時に収集したものです。微量分析のクロマトグラフ条件を表 1 にまとめます。



Agilent Technologies

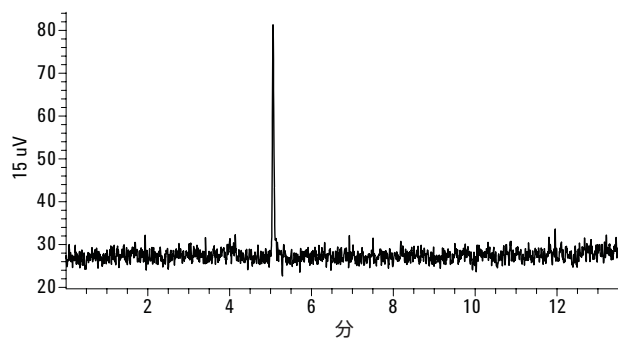


図1 15 ppb のチオフェン分析のクロマトグラム
(硫黄の濃度、スプリット比 1:10)。

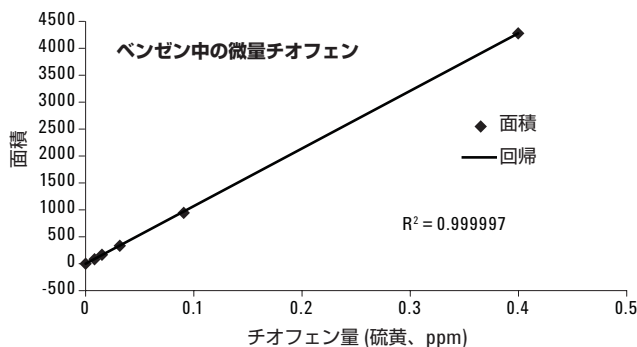


図2 ベンゼン中のチオフェン微量分析の直線性。

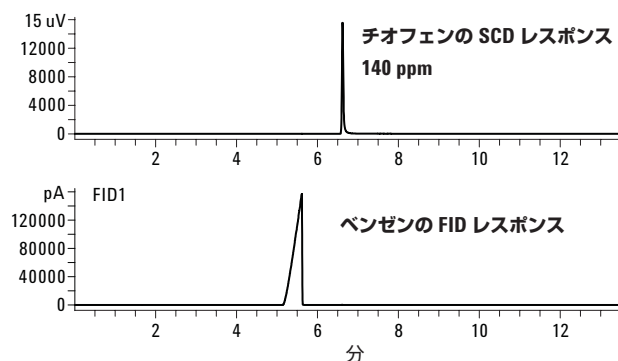


図3 SUPELCOMAX-10 での同時 FID-SCD クロマトグラム。

表1 クロマトグラフ条件

注入温度	120 °C
注入量	1 µL
初期温度	30 °C
初期時間	2 分
速度	10 °C/分
最終温度	125 °C
最終時間	2 分
スプリット比	1:10
定流量モード	定流量
カラム流量	2 mL/分
カラム	SUPELCOWAX-10
長さ	30 m
内径	0.32 mm
膜厚	1 µm

参考文献

1. James H. Gary and Glenn E. Handwerk, "Petroleum Refining Technology and Economics," Marcel Dekker Inc., New York, NY, 1984, Chapter 14.
2. Wolfgang Y. Gerhartz, Stephen Yamamoto, et. al. eds., "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry," VCH Publisher, Deerfield Beach, FL, 1985, vol. A3.

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
June 7, 2007
5989-6786JAJP



Agilent Technologies